

Brief English Description of German Patent Application Number DE 100 42 394 A1

An ion source for an ion mobility spectrometer carries out optical and particle beam ionization. The exciter source is a combined ultra-violet light, an alpha emitter and a beta emitter. The alpha and beta emitter generate a positive cluster ion peak (RIP) which is employed for self-calibration of the drift time, simultaneously generating negative oxygen and hydrogen cluster ions. Preferred Features: The cluster ions serve to ionize traces of halogen hydrocarbons. The UV light source ionizes all traces of organic molecules. The beta radiation emitter is a tritium insert within the ion source grid metallic coating. The beta emitter has 63Ni and the alpha emitter grid has 241Am or 226Ra. The UV lamp has a median photon emission energy of 10.6 eV.

⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

Offenlegungsschrift

DE 100 42 394 A 1

⑯ Int. Cl. 7:

H 01 J 49/10

H 01 J 49/40

G 01 N 27/62

⑯ Aktenzeichen: 100 42 394.9
⑯ Anmeldetag: 29. 8. 2000
⑯ Offenlegungstag: 4. 4. 2002

DE 100 42 394 A 1

⑯ Anmelder:

IUT Institut für Umwelttechnologien GmbH, 12489
Berlin, DE

⑯ Erfinder:

Leonhardt, Jürgen, Prof., 10179 Berlin, DE; Bensch,
Holger, Dr., 10318 Berlin, DE

⑯ Entgegenhaltungen:

DE	197 30 896 C2
DE	195 15 270 C2
DE	197 30 899 A1
US	53 38 931
US	52 94 797

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

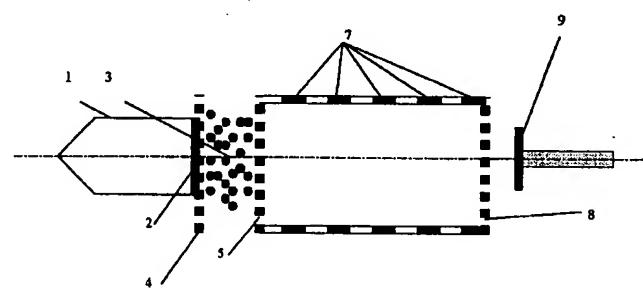
Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Ionenquelle für Ionenmobilitätspektrometer mit optischer und Teilchenstrahlung ionisation

⑯ Die Erfindung betrifft eine Ionenquelle für ein Ionenmobilitätspektrometer, die in der empfindlichen Gasspurenanalytik eingesetzt werden kann.

Die Ionisation der Spurengasteilchen erfolgt dabei durch sowohl eine UV-Quelle (1) durch Photoionisation als auch durch eine Teilchenstrahlungsquelle (Alpha- bzw. Betaquelle) (4 und 5).

Die Ionenquelle ermöglicht dadurch einerseits die interne Kalibrierung des Ionenmobilitätspektrometers mittels des Reaktionspeaks; andererseits wird das Spektrum der nachweisbaren Substanzen gegenüber IMS, die nur eine der Ionisationsarten aufweisen, deutlich erweitert.



DE 100 42 394 A 1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Erzeugen von Ionen für Ionenmobilitätsspektrometer, welche zum empfindlichen Nachweis von Gasspuren in Luft, insbesondere in der Prozeßanalytik, der Sicherheitstechnik und dem Umweltschutz eingesetzt werden kann.

[0002] Ionenmobilitätsspektrometer sind Anordnungen zum selektiven Nachweis von Ionen, die in der Vorrichtung durch Ionisation der Gasmoleküle durch eine geeignete Ionisierungsquelle entstehen.

[0003] Die Ionisation erfolgt:

1. durch Ladungstransfer zwischen Clusterionen der Luft und dem Analyten, wobei die Luftclusterionen durch Bestrahlen von Luft mit Alpha- oder Betateilchen eines radioaktiven Nuklids (z. B. Tritium) gebildet werden, oder
2. durch Photoionisation des Analyten infolge Photonenstrahlung im UV-Bereich.

[0004] Die Betaionisation 1. hat sich in der industriellen Anwendung weitgehend durchgesetzt; schwache radioaktive Quellen im Freigrenzenbereich kommen zur Anwendung. Dieses Verfahren hat im Gegensatz zur Photoionisation 2. folgende Nachteile:

- Der Konzentrationsbereich ist für viele Substanzen nach oben begrenzt und nur zu einem kleinen Teil linear.
- Substanzen, wie z. B.: Benzol, Arsin oder Phosphin können im Driftspektrum nicht oder nur schwer von den Clusterionen der Luft unterschieden und folglich nicht nachgewiesen werden.
- Eine Reihe von organischen Molekülen, wie z. B. Alkane und Alkene, werden mit nur geringer Empfindlichkeit angezeigt.

[0005] Die Photoionisation wird in PID's zum unspezifischen Nachweis von Spurengasmolekülen angewendet. Sie ermöglicht in einem weiten Konzentrationsbereich den Nachweis von Molekülen, die mit Betaionisation nur bei geringer Empfindlichkeit nachgewiesen werden können. Die Nachteile der Photoionisation bestehen in:

- Negative Ionen werden kaum gebildet, da in Luft die Konzentration freier Elektronen nur gering ist. Damit können halogenierte Kohlenwasserstoffe nur bedingt nachgewiesen werden.
- Im Spektrum fehlt ein ständiger Reaktionsionenpeak (RIP), der zur internen Kalibrierung genutzt werden kann.

[0006] Es war also Aufgabe der Erfindung, eine Vorrichtung anzugeben, die die Nachteile des bekannten Standes der Technik vermeidet.

[0007] Dazu wurde erfindungsgemäß eine Ionenquelle mit den Merkmalen der Patentansprüche entwickelt, die sowohl eine Alpha- oder Betaquelle als auch eine UV-Quelle als Anregungsquellen enthält.

[0008] Nachfolgend soll die Erfindung anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert werden:

[0009] Es zeigen:

[0010] Fig. 1 ein IMS in koaxialer Quellenanordnung,

[0011] Fig. 2 eine Ionenquelle in nichtkoaxialer Anordnung.

[0012] Ein Ionenmobilitätsspektrometer besteht üblicherweise aus einer Anregungsvorrichtung (Ionisations-

quelle), an die sich der Ionisationsraum anschließt, in dem die im Trägergas enthaltenen, nachzuweisenden Gasspurenmoleküle ionisiert werden. Dieser Ionisationsraum ist gegenüber der anschließenden Driftstrecke durch ein Gitter abgeschlossen, welches als Shutter für den Driftprozeß wirkt.

[0013] In der erfindungsgemäßen Vorrichtung nach Fig. 1 ist die Ionenquelle folgendermaßen aufgebaut:

10 Eine UV-Lampe (1) als eine Anregungsvorrichtung bildet mit der Stirnseite, dem Ausgangsfenster (2), den vorderen Abschluß des Ionisationsraumes (3). Die UV-Lampe erzeugt Photonen der Energie 10,6 eV; das Ausgangsfenster besteht z. B. aus MgF₂. Zur Aufladungsverhinderung ist ein Gitter (4) auf der Fensterfläche angebracht. Dieses Gitter kann mit 15 Titan belegt werden, in das Tritium ³H eingelagert wird. Das im Gitter eingelagerte Tritium ist ein Betastrahler, der als zweite Anregungsquelle wirkt.

[0014] Betateilchen ionisieren das Trägergas (Luft) entlang des Gitters (4); es bildet sich eine Plasmaschicht, bestehend aus Clusterionen NO⁺(H₂O) bzw. O₂[−](H₂O) u. a. Gleichzeitig durchstrahlen die UV-Photonen aus der Lampe (1) das Gitter (4) und erzeugen Ionen im Ionisationsraum (3).

[0015] Ein weiteres Gitter (5), welches den Shutter für das 25 IMS darstellt, wird so angeordnet, daß eine Ionenbildung im Driftraum des IMS nicht stattfindet. Der Driftraum des Ionenmobilitätsspektrometers wird durch die Driftringe (7) gebildet, der mit dem Aperturgitter (8) abgeschlossen ist, bevor die entsprechend ihrer Driftzeit separierten Ionen (Ionengruppen) auf den Kollektor (9) des IMS treffen.

[0016] Die der Ionenquelle zugewandte Seite des Gitters (5) kann ebenfalls titanbeschichtet sein und Tritium enthalten, was für eine zusätzliche Emission von Betateilchen in den Raum zwischen Gitter (4) und Shuttergitter (5) sorgt.

[0017] Nach Fig. 2 wird die UV-Lampe (1) senkrecht zur Drifttrichtung am Ionisationsraum (3) angebracht, wobei wiederum die entsprechend beschichteten Gitter (4) und (5) den vorderen und hinteren Abschluß des Ionisationsraumes (3) in Drifttrichtung bilden.

[0018] Vorteilhafterweise ist bei dieser Anordnung auch möglich, die UV-Lampe an dezentraler Stelle der Gesamtvorrichtung zu positionieren und die UV-Quanten durch eine Lichtleiteranordnung (6) zum Ionisationsraum zu transportieren.

[0019] Die Vorteile dieser Anordnung sind:

– Photonen ionisieren alle organischen Komponenten des Gases, deren Ionisierungspotentiale unter der UV-Energie der Lampe (10,6 eV) liegen und ermöglichen einen breiten Bereich des quantitativen Nachweises.

– Alpha- oder Betateilchen erzeugen negative Sauerstoff- und Wasserclusterionen, die den empfindlichen Nachweis halogenierter Kohlenwasserstoffe ermöglichen.

– Die Palette nachweisbarer Substanzen wird um solch wichtige, wie Benzol, Phosphin, Arsin, Toluol u. a. erweitert.

– Durch die Auswahl einer geringen Aktivität der Strahlenquelle entsteht ein positiver Clusterionenpeak RIP, dessen Driftzeit gemessen und als Bezugszeit für alle nachzuweisenden Substanzen genutzt werden kann.

– Der nutzbare Meßbereich wird um mehr als eine Größenordnung erweitert.

[0020] Die Aktivität der Teilchenstrahlungsquelle(n) wird so dimensioniert, daß der durch Photoionisation gebildete Peak von Benzolionen nicht vom Reaktionsionenpeak RIP

überdeckt ist. Das ist der Fall, wenn Quellen im Bereich von Freigrenzenaktivitäten eingesetzt werden.

[0021] Bei einer Freigrenzenaktivität A von $5 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$ zum Beispiel und einer mittleren Energie $\langle \epsilon \rangle$ der ionisierenden Betateilchen von 5,5 keV sowie einem mittleren Ionisierungsaufwand für ein Ladungsträgerpaar in Luft ω von 30 eV entsteht ein Signalstrom I von etwa 37 pA:

$$I = e \cdot A \cdot \frac{\epsilon}{\omega} \cdot g \cdot a \quad 10$$

wobei e die Elementarladung, g der Geometriefaktor mit $g = 0,5$ und a die Absorption in der dünnen Schicht mit $a = 0,5$ sind.

[0022] Bei einem RIP von ca. 37 pA kann Benzol gut dar- 15 gestellt werden.

Patentansprüche

1. Ionenquelle für Ionenmobilitätspektrometer mit 20 optischer und Teilchenstrahlungssionisation, dadurch gekennzeichnet, daß als Anregungsquellen sowohl ein Alpha- oder Betastrahler als auch eine UV-Lichtquelle vorhanden sind, wobei der Alpha- oder Betastrahler zur Erzeugung eines positiven Clusterionenpeaks 25 (RIP) dient, der zur internen Kalibrierung der Driftzeit benutzt wird und gleichzeitig negative Sauerstoff- und Wasserclusterionen erzeugt, die zur Ionisation der Spuren von halogenierten Kohlenwasserstoffen dienen, und die UV-Quelle zur Ionisation aller Spuren von organischen Molekülen dient.
2. Ionenquelle nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Betastrahler als Tritiumeinlagerungen in metallischen Beschichtungen der Gitteranordnungen der Ionenquelle ausgebildet ist. 35
3. Ionenquelle nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Betastrahler so aufgebaut ist, daß die Gitteranordnungen ^{63}Ni enthalten.
4. Ionenquelle nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Alphastrahler so aufgebaut ist, 40 daß die Gitteranordnungen ^{241}Am oder ^{226}Ra enthalten.
5. Ionenquelle nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die UV-Quelle eine Lampe mit einer mittleren Emissionsenergie der Photonen von 10,6 eV ist. 45
6. Ionenquelle nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Strahlungsrichtung der UV-Quelle mit der Driftrichtung im Ionenmobilitätspektrometer übereinstimmt, wobei das erste Gitter, das Bestandteil der Betastrahleranordnung ist, auf der Fensterfläche des UV-Strahlers angeordnet ist. 50
7. Ionenquelle nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die UV-Quelle senkrecht zur Driftrichtung des Ionenmobilitätspektrometers in den Raum zwischen den beiden Gittern einstrahlt. 55
8. Ionenquelle nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die UV-Quelle über Lichtwellenleiter in den Raum zwischen den beiden Gittern einstrahlt.
9. Ionenquelle nach Anspruch 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Aktivität der Teilchenstrahlungsquelle so gewählt wird, daß der durch Photoionisation hervorgerufene Peak des Benzols größer als der Reaktionsionenpeak (RIP) ist. 60

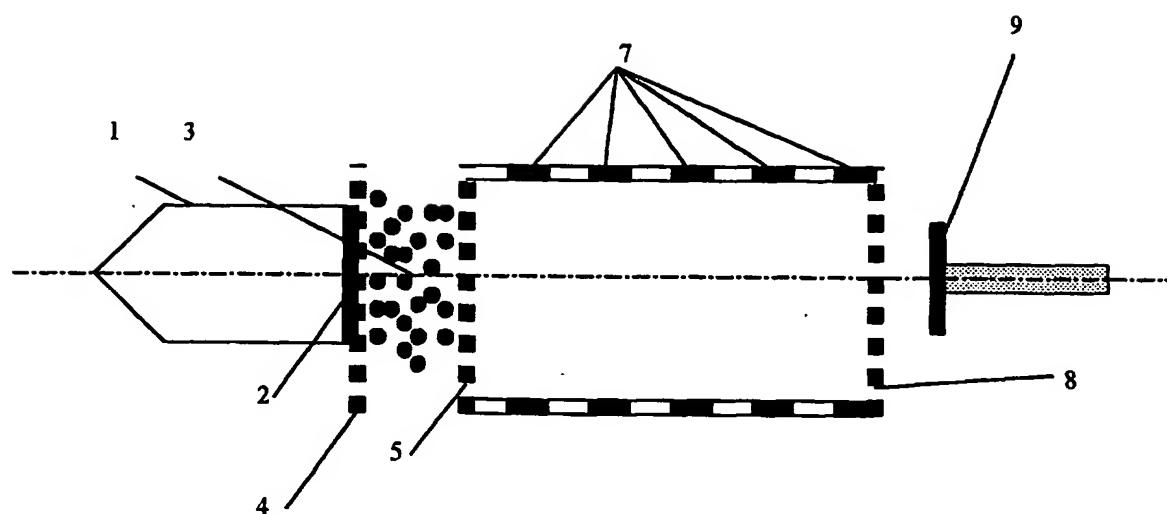


Fig. 1

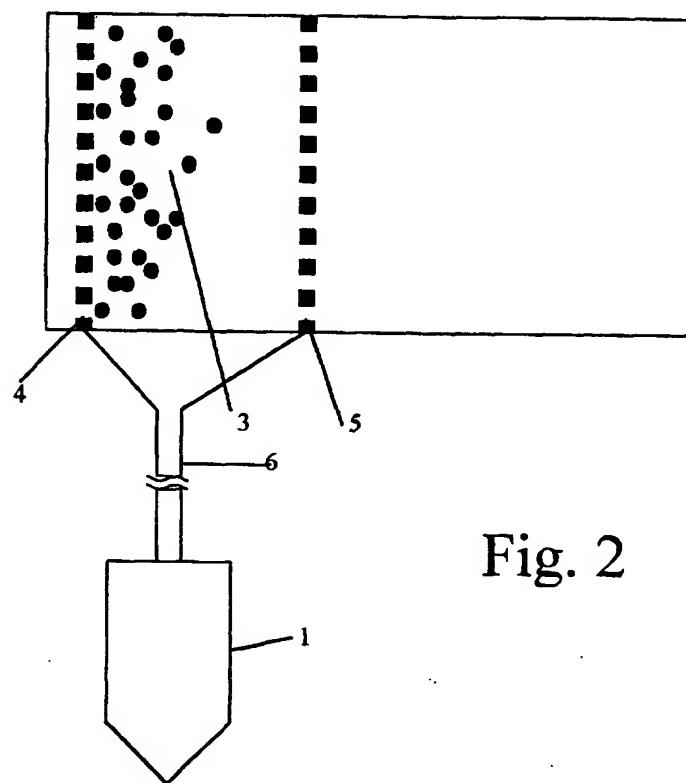


Fig. 2